

Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan logam – Bagian 1 : Kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr (VI)] dan timbal (Pb)



© BSN 2016

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang Lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	2
5 Pengambilan contoh	2
6 Cara uji	2
6.1 Migrasi spesifik kadmium (Cd) dan timbal (Pb)	2
6.2 Migrasi spesifik logam Cr(VI).....	5
Bibliografi	7
Tabel 1 Syarat mutu migrasi logam Pb, Cd dan Cr(VI)	2
Tabel 2 Larutan baku kerja migrasi spesifik logam Cr(VI)	5
Gambar 1 – Sel Migrasi	3

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan logam – Bagian 1 : Kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr (VI)] dan timbal (Pb) ini disusun dengan memperhatikan ketentuan tentang Bahan Kemasan Pangan yang ditetapkan oleh Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan RI, yang mempersyaratkan batas migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan.

Standar ini telah dibahas dalam rapat konsensus pada tanggal 16 Desember 2015 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, ilmuwan/pakar dan instansi terkait lainnya.

Standar ini disusun oleh Sub Komite Teknis 67-02-S1 Kemasan Pangan dari Komite Teknis 67-02: Bahan Tambahan Pangan dan Kontaminan.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 28 Januari 2016 sampai dengan 28 Maret 2016 dengan hasil akhir RASNI.



Cara uji migrasi zat kontak pangan dari kemasan pangan logam – Bagian 1 : Kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr (VI)] dan timbal (Pb)

1 Ruang Lingkup

Standar ini menentukan metode uji migrasi kadmium (Cd), kromium (VI) [Cr (VI)] dan timbal (Pb) menggunakan simulan pangan dari kemasan pangan yang terbuat dari logam atau paduan logam tidak berlapis dikecualikan untuk kemasan kaleng.

2 Acuan normatif

Dokumen berikut merupakan bagian tidak terpisahkan untuk penggunaan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang diacu digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, edisi terakhir dari dokumen acuan (termasuk amandemen) digunakan.

ISO 2859-1, *Sampling Procedures for Inspection by Attributes - Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection*.

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dalam standar ini, digunakan istilah dan definisi berikut

3.1

batas migrasi maksimum

jumlah maksimum zat yang diizinkan berpindah ke dalam pangan atau simulan pangan

3.2

kemasan pangan

bahan yang digunakan untuk mewadahi dan/atau membungkus pangan baik yang bersentuhan langsung dengan pangan maupun tidak

3.3

migrasi spesifik

perpindahan dari suatu zat kontak pangan tertentu dari kemasan pangan ke dalam simulan tertentu sesuai dengan jenis atau tipe pangan

3.4

paduan logam

bahan logam, homogen pada skala makroskopik terdiri dari dua atau lebih unsur yang bergabung sedemikian rupa sehingga bahan tersebut tidak mudah dipisahkan secara mekanis

3.5

simulan pangan

media yang digunakan untuk meniru karakteristik pangan tertentu

3.6

zat kontak pangan

setiap zat yang dimaksudkan untuk digunakan sebagai komponen bahan kemasan pangan yang digunakan dalam pembuatan, pengepakan, pengemasan dan penyimpanan pangan,

yang jika dalam penggunaannya tidak dimaksudkan untuk memberikan efek teknis terhadap pangan

4 Syarat mutu

Persyaratan mutu migrasi logam Pb, Cd dan Cr(VI) seperti pada Tabel 1

Tabel 1 Syarat mutu migrasi logam Pb, Cd dan Cr(VI)

Migran	Batas maksimum	Satuan
Total Logam Pb, Cd dan Cr(VI)	1,0	µg /mL
Logam Cd	0,1	µg /mL

5 Pengambilan contoh

Sesuai dengan ISO 2859-1.

6 Cara uji

6.1 Migrasi spesifik kadmium (Cd) dan timbal (Pb)

6.1.1 Prinsip

Kadar Cd dan Pb termigrasi ditetapkan dengan cara perendaman/pengisian sampel dengan simulan asam asetat 4% selama 24 jam, pada suhu kamar, dan dapat diukur dengan metode

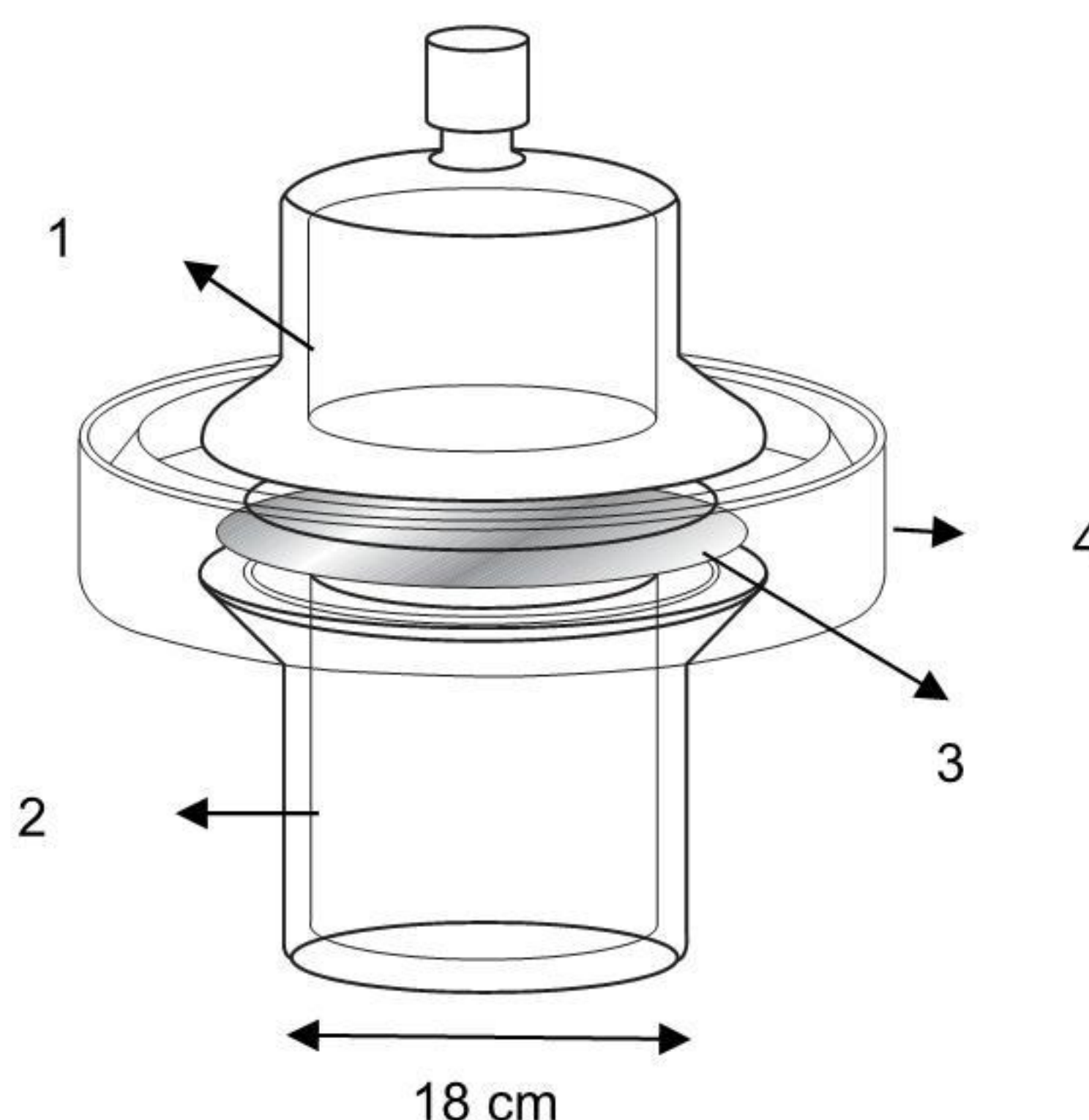
- *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrophotometry* (ICP-MS); atau
- *Inductively Coupled Plasma* (ICP); atau
- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Tungku Karbon (*Graphite Furnace*) pada panjang gelombang yang sesuai; atau
- Voltametri.

6.1.2 Bahan

- a. Asam asetat 4%;
- b. aquademineral (Air dengan minimum resistensi 18 MΩ);
- c. sampel wadah/kemasan logam;
- d. baku stok logam Cd dan Pb.

6.1.3 Peralatan

- a. Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- b. *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrophotometry* (ICP-MS), *Inductively Coupled Plasma* (ICP), Voltametri, Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tungku karbon;
- c. alat gelas (gelas piala, pipet volum, labu tentukur, corong, dan lain-lain);
- d. sel migrasi (Gambar 1).



Keterangan gambar :

- 1 Alat gelas
- 2 Alat gelas
- 3 Sel migrasi
- 4 Bracket

CATATAN 1 Sel migrasi terdapat dalam beberapa bentuk sesuai dengan merk

CATATAN 2 Bagian yang kontak dengan simulan, tidak terbuat dari logam atau menggunakan logam inert

Gambar 1 – Sel Migrasi

6.1.4 Prosedur

6.1.4.1 Persiapan pengujian

Siapkan sampel wadah/kemasan dan dilakukan pembersihan awal dengan menyiramkan aquademineral atau membilas sampel wadah menggunakan aquademineral hingga bersih dari kotoran yang menempel, debu, dan sebagainya. Sampel wadah dibiarkan kering pada suhu kamar.

6.1.4.2 Kondisi ekstraksi

- a. Untuk sampel yang memiliki volume kecil ($\leq 1\text{L}$), masukkan asam asetat 4% sampai 0,6 cm dari permukaan atas. Tutup dan lindungi dari cahaya, simpan pada suhu kamar selama 24 jam.
- b. Untuk sampel yang memiliki volume besar ($> 1\text{L}$), volume pengujian adalah 20% dari volume totalnya atau disesuaikan dengan kondisi sampel, diisi asam asetat 4%. Lindungi dari cahaya, simpan pada suhu kamar selama 24 jam.
- c. Untuk sampel berbentuk lembaran, potong sampel dengan ukuran 20 x 20 cm untuk sel migrasi berdiameter 18 cm (jika ukuran sel migrasi berbeda maka ukuran sampel disesuaikan). Rendam sampel dengan asam asetat 4% sebanyak volume tertentu, dengan takaran volume $1,56 \text{ mL/cm}^2$ dalam sel migrasi. Lindungi dari cahaya, simpan pada suhu kamar selama 24 jam.

6.1.4.3 Penetapan kadar migran Cd dan Pb

6.1.4.3.1 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tungku karbon

- Saring dan masukkan ekstrak ke dalam labu Erlenmeyer yang sesuai.
- Buat seri larutan baku Cd dan Pb dengan kadar sebagai berikut:
 - Logam Cd : (0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005; 0,006) µg /mL
 - Logam Pb : (0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06) µg/mL
- Panjang gelombang Pb: 283,3 nm, Cd: 228,8 nm.
- Lakukan pengukuran blangko sebagai kontrol pengukuran kontaminasi.
- Hitung kadar logam terekstrak dalam satuan µg/mL.

6.1.4.3.2 *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrophotometry (ICP-MS), Inductively Coupled Plasma (ICP)*

- Saring dan masukkan ekstrak ke dalam labu Erlenmeyer yang sesuai.
- Buat seri larutan baku Cd, dan Pb dengan kadar sebagai berikut:
 - Logam Cd : (0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005; 0,006) µg /mL
 - Logam Pb : (0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06) µg/mL
- Lakukan pengukuran blangko sebagai kontrol pengukuran kontaminasi.
- Hitung kadar logam terekstrak dalam satuan µg/mL.

6.1.4.3.3 Voltametri

- Masukkan ekstrak sebanyak 10 mL ke dalam sel.
- Tambahkan 1 mL dapar natrium asetat dan 0,5 mL asam asetat glasial dengan menggunakan pipet volum.
- Sel yang sudah terisi ekstrak dan dapar kemudian dipasangkan ke alat voltametri.
- Lakukan penambahan baku adisi ke 1 dan ke 2 setelah mendapat instruksi dari alat.
- Lakukan pengukuran menggunakan voltametri pada tegangan ± 0,4 volt untuk Pb dan ± 0,6 volt untuk Cd.
- Lakukan pengukuran blangko sebagai kontrol pengukuran kontaminasi.

6.1.5 Perhitungan

6.1.5.1 SSA tungku karbon dan ICP/ICP-MS

Kadar migran dihitung dengan menggunakan persamaan garis regresi $y = a + bx$.

Keterangan:

a adalah *intercept*;

b adalah *slope*;

y adalah absorbansi atau respon alat;

x adalah kadar, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL).

6.1.5.2 Voltametri

Kadar migran dihitung dengan membandingkan kuat arus yang dihasilkan contoh uji terhadap rerata kuat arus baku adisi, mengikuti persamaan:

$$\text{Kadar migran } (\mu\text{g/mL}) = \frac{\text{kuat arus contoh uji}}{\text{kuat arus rerata baku adisi}} \times \text{kadar adisi}$$

6.2 Migrasi spesifik logam Cr(VI)

6.2.1 Prinsip

Kadar Cr(VI) termigrasi ditetapkan dengan cara perendaman/pengisian sampel dengan simulan asam asetat 4% selama 24 jam, pada suhu kamar. Ekstrak direaksikan dengan larutan difenilkarbasida sehingga terbentuk senyawa kompleks berwarna ungu, serapan diukur pada panjang gelombang 540 nm.

6.2.2 Bahan

- Aquademineral (Air dengan minimum resistensi 18 MΩ);
- asam Asetat 4%;
- larutan asam sulfat pH $2 \pm 0,5$;
- larutan baku Cr(VI);
- larutan Difenilkarbasida 0,5%.

6.2.3 Peralatan

- Spektrofotometri UV-VIS;
- kertas saring;
- alat gelas (gelas piala, pipet volum, labu tentukur, corong dan lain-lain);
- sel migrasi (Gambar 1).

6.2.4 Prosedur

6.2.4.1 Pembuatan larutan baku

6.2.4.1.1 Larutan baku induk kromium 1000 µg/mL

Timbang 0,2828 gram K₂Cr₂O₇ masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL dan larutkan dengan larutan H₂SO₄ pH $2 \pm 0,5$ hingga tanda batas.

6.2.4.1.2 Larutan baku antara 10 µg/mL

Pipet 1,0 mL baku induk, masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL dan tambahkan larutan H₂SO₄ pH $2 \pm 0,5$ hingga tanda batas.

6.2.4.1.3 Larutan baku kerja Cr(VI)

Pipet sejumlah larutan baku antara ke dalam labu tentukur 100 mL dan buat seri larutan baku kerja mengacu pada Tabel 2.

Tabel 2 Larutan baku kerja migrasi spesifik logam Cr(VI)

Baku	Kadar Cr(VI) µg/mL	Volum Cr(VI) dari baku antara mL
Baku 1	0,0	0
Baku 2	0,1	1
Baku 3	0,2	2
Baku 4	0,4	4
Baku 5	0,6	6
Baku 6	0,8	8
Baku 7	1,0	10

Tepatkan labu tentukur sampai tanda batas dengan menggunakan larutan H₂SO₄ pH $2 \pm 0,5$. Baku 1 digunakan sebagai blanko (Larutan A).

6.2.4.2 Pembuatan larutan uji

- Siapkan sampel sesuai butir 6.1.4.2.
- Jika volume ekstrak di atas 100 mL, pipet 75,0 mL ekstrak masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL. Jika volume kurang dari 100 mL maka semua ekstrak dimasukkan ke dalam labu tentukur 100 mL.
- Tambahkan 2,0 mL larutan 1,5-difenilkarbasida 0,5%.
- Tepatan sampai tanda batas dengan larutan H₂SO₄ 2 N pH 2 ± 0,5 , kocok sampai homogen.
- Diamkan selama ±10 menit (sampai terbentuk warna ungu) (Larutan B).

6.2.4.3 Larutan blanko sampel

Larutan blanko dibuat seperti larutan uji tanpa menggunakan sampel (Larutan C).

6.2.4.4 Penetapan contoh uji

Ukur serapan masing-masing larutan A, B, dan C, menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 540 nm.

6.2.5 Perhitungan

Kadar migran Cr(VI) dalam ekstrak, dihitung menggunakan kurva kalibrasi dengan persamaan garis lurus $y = bx + a$.

Keterangan:

a adalah *intercept*;

b adalah *slope*;

y adalah absorbansi;

x adalah kadar, dinyatakan dalam mikrogram per mililiter (µg/mL).

Bibliografi

Application Bulletin, Metrohm, No. 231/1 e, *Determination of Zinc, Cadmium, Lead, Copper, Thallium, Nickel and Cobalt in water samples after DIN 38406 E16*.

Christine,M., Fournier,S., dan Philipe,S., 2007, *Quantitative Determination of Hexavalent Chromium in Aqueous Solution by UV-VIS Spectrophotometer*, Central European Journal of Chemistry, 5(4): 1084-1093.

Direktorat Pengawasan Produk dan Bahan Berbahaya Deputi Bidang Pengawasan Keamanan Pangan dan Bahan Berbahaya Badan Pengawas Obat dan Makanan, 2011, Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan RI Nomor HK 03.1.23.07.11.6664 tentang Pengawasan Kemasan Pangan

Greenberg, A.E., Lenore S.C., Andrew.D.E., 1992, *Metals By Flame Atomic Absorption Spectrometry, Standard Methods for the Examination of Water and Waste water*, American Public Health Association, Part 3111: p 3-15.

Japan External Trade Organization (JETRO), 2009, *Specifications and Standards for Foods, Food Additives, etc. Under the Food Sanitation Act (Abstracts) 2008*, p. 128.

Pisal, Aniruddha, 2009, *Determination of Hexavalent Chromium in Toys by Using UV/VIS Spectrometry*, Application Note, Perkin Elmer, Inc. Shelton, CT.

